

CARBON BLACK FOR BLACK MATRIX

Patent number: JP10330643
Publication date: 1998-12-15
Inventor: HISA HIDEYUKI; MATSUKI AKIHIRO; ARATA
SATORU; MORI TAIZO
Applicant: MIKUNI COLOR WORKS;; MITSUBISHI CHEM CORP
Classification:
- international: C09C1/56; G02B5/00; G02B5/20
- european:
Application number: JP19970138705 19970528
Priority number(s): JP19970138705 19970528

Report a data error here

Abstract of JP10330643

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain the subject carbon black capable of forming an insulating black matrix exhibiting high light-shielding ratio in thin film state and having low surface reflectivity by subjecting carbon black to coating treatment with a resin and then subjecting the coated carbon black to oxidation treatment. **SOLUTION:** This carbon black is obtained by subjecting carbon black to coating treatment with a resin (preferably a synthetic resin having benzene nucleus in the structure, e.g. phenol resin) and then, subjecting the coated carbon black to oxidation treatment by vapor phase oxidation, etc. Coating amount of the resin is preferably 130 wt.% based on total amount of the carbon black and the resin. Rate of change of carbon black coated with the resin to iodine absorption amount is preferably $\geq -5\%$ as degree of oxidation treatment. Thereby, the insulating black matrix for optical color filter used for color TV set, camera, etc., can be provided at a low cost.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-330643

(43)公開日 平成10年(1998)12月15日

(51)Int.Cl. ⁹	識別記号	F I	
C 0 9 C 1/56		C 0 9 C 1/56	
G 0 2 B 5/00		G 0 2 B 5/00	B
5/20	1 0 1	5/20	1 0 1

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 7 頁)

(21)出願番号 特願平9-138705

(22)出願日 平成9年(1997)5月28日

(71)出願人 591064508

御国色素株式会社
兵庫県姫路市御国野町国分寺138-1

(71)出願人 000005968

三菱化学株式会社
東京都千代田区丸の内二丁目5番2号

(72)発明者 久 英之

神奈川県茅ヶ崎市円蔵370番地 三菱化学
株式会社茅ヶ崎事業所内

(72)発明者 松木 章浩

神奈川県茅ヶ崎市円蔵370番地 三菱化学
株式会社茅ヶ崎事業所内

(74)代理人 弁理士 長谷川 曉司

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 ブラックマトリックス用カーボンブラック

(57)【要約】

【課題】 高温処理条件下でも使用しうる絶縁性ブラックマトリックスに好適なカーボンブラックを得る。

【解決手段】 カーボンブラックを樹脂で被覆処理し、ついで酸化処理してなるブラックマトリックス用カーボンブラック。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 カーボンブラックを樹脂で被覆処理し、ついで酸化処理してなるブラックマトリックス用カーボンブラック。

【請求項2】 樹脂が、構造の中にベンゼン核を有している請求項1記載のブラックマトリックス用カーボンブラック。

【請求項3】 樹脂の被覆量が、カーボンブラックと樹脂の合計量に対し1〜30wt%である請求項1又は2に記載のブラックマトリックス用カーボンブラック。

【請求項4】 (樹脂で被覆処理したカーボンブラックのヨウ素吸着量値-樹脂で被覆処理したカーボンブラックの酸化処理後のヨウ素吸着量値)/(樹脂で被覆処理したカーボンブラックのヨウ素吸着値)で算出したヨウ素値変化率が5%以上である請求項1〜3のいずれかに記載のブラックマトリックス用カーボンブラック。

【請求項5】 ブラックマトリックスを有するカラーフィルターにおいて、樹脂で被覆し、ついで、酸化処理したカーボンブラックを遮光材としたブラックマトリックスを用いてなるカラーフィルター。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、絶縁性ブラックマトリックス用カーボンブラックに関し、さらに詳しくはたとえばカラーテレビ、液晶カラーテレビ、カメラ等を使用される光学的カラーフィルターに用いる絶縁性ブラックマトリックス用のカーボンブラックに関する。

【0002】

【従来の技術】液晶表示装置は、透明電極を設けたガラス等の透明な基板を1ないし10 μ m程度に間隔を設けてその間に液晶物質を封入し、電極間に印加した電圧によって液晶を一定の方向に配向させて透明部分と不透明部分を形成して画像を表示している。カラー液晶表示装置は、いずれかの透明電極基板上に光の三原色に対応する赤(R)、緑(G)、青(B)の三色のカラーフィルターを設けており、透明電極への印加電圧の調整によって液晶の光の透過を制御してR、G、Bの3色のフィルターを透過する光量を制御して3原色の加色による発色によってカラー表示を行っている。

【0003】R、G、Bの着色層は、あらかじめ各色の間に区画するブラックマトリックスの膜を設けた基板上に形成する方式や、R、G、Bを形成後ブラックマトリックス膜を設ける方法等種々あるが、ブラックマトリックスの役割としては、いずれもR、G、B三原色を区画すると共に、カラーフィルターに対向する基板上に設けた液晶の駆動用の電極あるいはTFT(薄膜トランジスタ)等のトランジスタを遮光する作用を果している。このような目的で使用されるカラーフィルターのブラックマトリックスは二つに大別することができる。

【0004】(1) フォトリソグラフィ法より加工し

たCr等の金属膜からなるブラックマトリックス:解像度、および遮光率が高く、光学濃度(OD)3.0以上が膜厚0.1 μ m近辺で容易に得られるが、金属膜のため可視光の反射率が約40%と高く、外光の反射による表示画像のコントラスト低下や、周囲にある明るい物体がブラックマトリックス面で反射して表示画像に重なる、いわゆる写り込みが生じ画質の低下を来たしやす。また、Cr膜のスパッタ、フォトリソグラフィ加工と工程が長いので低コスト化が困難であるという難点もある。

【0005】(2) 黒色顔料を分散した有機樹脂膜をフォトリソグラフィ法、印刷法、あるいはフォトエッチング法でパターンニングするか、または、感光性樹脂膜をパターンニングした後、黒色染料で染色して得られる黒色有機樹脂膜からなるブラックマトリックス、黒色であるため可視光の反射率が数%以下と低く、外光の反射による表示画像のコントラスト低下や、周囲にある明るい物体の写り込みが金属膜ブラックマトリックスに比べ大幅に減少し、画質が向上する。しかし、遮光率が低いという難点がある。すなわち、フォトリソグラフィ法では遮光率を上げると、基板との界面に到達する露光光量が減少するため、高遮光率とすると(例えば光学濃度3.0では基板に到達する透過光量は1/1000)、現像時に有機樹脂膜のパターン剥がれが生じ、ブラックマトリックスが形成できなくなる。これを避けるため露光量を増やすと、パターン寸法の太りが生じ、所定の解像度が実現できなくなりやすい。また、印刷法やフォトエッチング法ではフォトリソグラフィ法に比べ制約はややゆるいが、黒色着色材の含有量に限界があるので、高遮光率とすると印刷時の膜厚が大となり(例えば膜厚1.0 μ mで光学濃度2.0の場合、光学濃度を3.0に上げると膜厚は3.3 μ mになる)、本質的にフォトリソグラフィ法に比べて劣る解像度が、さらに大幅に低下し、実質的にブラックマトリックスが形成できなくなるおそれがある。

【0006】一般に黒色有機樹脂膜からなるブラックマトリックスは、金属膜からなるブラックマトリックスに比べ光学濃度2.0〜2.5において膜厚が1〜2 μ mと厚いが、膜厚1.5 μ mを超えると、その上にカラーフィルターや保護膜および透明電極を形成して完成した基板の表面平坦度が0.5 μ mを超えるようになり、対向電極基板と組み合わせて液晶表示パネルとした場合、色むら、白し、輝度むら等が発生し、表示画質が低下する。したがって、ブラックマトリックスの膜厚は1 μ m以下好ましくは0.5 μ m以下とすることが極めて重要である。

【0007】一方、透明保護膜や透明画素電極に関して、例えば、特開平4-130401号公報には、透明基板上に導電性遮光パターン層、透明絶縁層、カラーフィルターパターン層、透明保護膜層、透明導電性パター

ン層を順次形成した電極付カラーフィルターが記載されている。ここで、透明保護膜や透明絶縁層は、透明電極の表面平滑性を向上させることと、カラーフィルターの耐溶媒性の向上、更には、導電性遮光層（ブラックマトリックス）と透明導電性層（透明電極）との電氣的絶縁を目的とし形成されている。

【0008】ところが最近、カラーフィルター（液晶表示装置）の低コスト化や更なる薄膜化を目的に透明保護膜や透明絶縁膜を除去し、カラーフィルターやブラックマトリックス自体で使用可能な平滑性と絶縁性を持たせようとの研究が活発である。さらに、ブラックマトリックスやRGBのレジストを塗布した後の乾燥温度を220℃以上好ましくは250℃以上に高めたいとの要望も出てきている。すなわち、レジスト塗布面を高温で処理した後も絶縁性を保持するブラックマトリックスの要求が強い。しかしながら、特に絶縁性に関しては、ブラックマトリックスの主成分としてクロムや酸化クロム等の金属膜並びにカーボンブラックやグラファイト等の炭素粉等いずれも導電性素材を用いているため低温熱処理条件下での絶縁性も極めて困難であり、新規の素材が望まれていた。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、このような観点に基づいて、従来法では実現できなかった、薄膜で高遮光率を示しかつ表面反射率も低い黒色遮光膜からなるブラックマトリックスを有するカラーフィルターに好適なカーボンブラックを提供するとともに併せて透明保護膜や透明絶縁膜の機能まで有する高温処理条件下でも使用可能な絶縁性ブラックマトリックス用カーボンブラックを低コストで提供することを目的とする。

【0010】

【課題を解決するための手段】本発明は、カーボンブラックを樹脂で被覆処理、ついで酸化処理してなる絶縁性ブラックマトリックス用カーボンブラックを要旨とする。以下、本発明を詳細に説明する。

【0011】

【発明の実施の形態】まず、本発明において樹脂を被覆処理するカーボンブラックとしては特に限定されないが、好適には次のようなカーボンブラックが用いられる。灰分が1.0重量%以下、DBP吸収量が140ml/100g以下のカーボンブラックが好ましい。灰分の組成は、Na、K、Ca等のアルカリ金属やアルカリ土類金属等であり、これらを含むカーボンブラックを樹脂等に配合すると絶縁性が低下する。これは、NaやK、Ca等のイオン性導電性物質が吸水性大であるため、カーボンブラック樹脂複合体の吸水性が増大し、その結果絶縁性が低下するものと考えられる。

【0012】このイオン性導電性物質を低減させるためには、カーボンブラック製造時の原料油の吟味、急冷時に使用するスプレー水の吟味、添加物の吟味などにより達

成される。また製造炉から製出したカーボンブラックを水洗或いは酸洗いすることによっても達成される。更に上記製造時の原料、スプレー水、添加物等の吟味と、水洗、酸洗い等とを組合わせることによっても達成できる。カーボンブラック中に存在するイオン性導電物質の含量は、そのカーボンブラックを750℃において空气中で4～6時間焼成したときに残る灰分量で表わされ、本発明配合物のカーボンブラックの灰分量は1.0重量%以下であることが好ましく、さらに好ましいのは0.5重量%以下である。

【0013】また、JIS-K6221-A法で測定したDBP吸収量が140ml/100gを超えると、カーボンブラック自体の黒色度が低下しブラックマトリックス用樹脂ワニスに配合し塗布した場合の濃度感が十分でないだけでなくペーストの粘度も高くなり、平滑性の良い塗膜が得られなくなるおそれがある。DBP吸収量としては、140ml/100g以下であることが好ましく、さらに好ましくは120ml/100g以下である。また、樹脂で被覆処理するカーボンブラックとして、酸化処理したものを用いるのが好適であり、酸化処理方法としては、後述する方法によることができる。被覆処理する樹脂の種類も特に限定されるものではないが、合成樹脂が一般的であり、さらに構造の中にベンゼン核を有した樹脂の方が両性系活面活性剤的な働きがより強いので分散性及び分散安定性の点から好ましい。

【0014】具体的な合成樹脂としては、フェノール樹脂、メラミン樹脂、キシレン樹脂、ジアリルフタレート樹脂、グリブタル樹脂、エポキシ樹脂、アルキルベンゼン樹脂等の熱硬化性樹脂や、ポリスチレン、ポリカーボネート、ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、変性ポリフェニレンオキサイド、ポリスルホン、ポリパラフェニレンテレフタルアミド、ポリアミドイミド、ポリイミド、ポリアミノビスマレイミド、ポリエーテルスルフォポリフェニレンスルホン、ポリアリレート、ポリエーテルエーテルケトン、等の熱可塑性樹脂が使用できる。

【0015】カーボンブラックに対する樹脂の被覆量は、カーボンブラックと樹脂の合計量に対し1～30wt%が好ましく、1wt%未満の量では、未処理のカーボンブラックと同様の分散性、分散安定性、絶縁性しか得られないおそれがある。一方、30wt%を超えると、樹脂同士の粘着性が強く、団子状の固まりとなり、分散が進まなくなるおそれがある。

【0016】更に本発明のカーボンブラックは、カーボンブラックに樹脂を被覆した後、酸化処理することにより得られる。酸化処理方法としては、窒素酸化物やオゾン、SO₃ガス、フッ素ガスや高温雰囲気下で空気と接触・反応させる空気酸化等の気相酸化並びに硝酸、過マンガン酸カリ、亜塩素酸、次亜塩素酸ソーダ、臭素水溶液オゾン水溶液、過酸化水素等を用いる液相酸化等があ

り、これらを単独あるいは、2種類以上組み合わせる事により達成される。

【0017】酸化処理度合いは、オゾン等の酸化処理を進めるとヨウ素吸着量が低下する現象を利用し設定するのがよい。具体的には、樹脂で被覆したカーボンブラックのヨウ素吸着量に対する変化率をマイナス5%以上とするのが好ましい。マイナス5%未満であると、塗料等にした際の抵抗が高くなりにくく好ましい絶縁性ブラックマトリックスが得にくくなるからである。ここで、ヨウ素吸着量は、JIS-K-6221により求められる。

【0018】樹脂被覆後、酸化処理する事により抵抗が大幅に向上する理由は、明確でないが、一つには、樹脂で被覆したカーボンブラックにも樹脂が覆っていない裸のカーボンブラック表面が存在し、この部分に絶縁性である官能基が付与されるために高抵抗になるためとも考えられる。更にもう一つの理由としては、酸化処理によるカーボンブラック表面を覆っている樹脂モノマーの高分子化が進み、より絶縁性樹脂膜となるためか或いは、これら両方の理由によるのではないかと考えられる。

【0019】このようにして樹脂で被覆処理してなるカーボンブラックは、常法に従い絶縁性ブラックマトリックスの遮光材として用いることができ、この絶縁性ブラックマトリックスを構成要素とするカラーフィルターを常法により作成することができる。たとえば、本発明のブラックマトリックス用レジスト組成物の調液に当っては、まず、塗布溶剤、分散剤及びカーボンブラックを、0.1～数mm径のガラスビーズ又はジルコニアビーズを用いたビーズミル、ペイントシエカー或いはバルブホモジナイザー、更には3本ロールミル等で0.5時間～30時間分散することで、カーボンブラック濃度が10～70重量%の分散液を得る。次にこの分散液に、光重合開始剤組成物とエチレン性化合物（現像画像の接着性向上剤）、有機高分子物質（基板との接着性向上剤）等を加え混合分散することによりレジスト組成物を調製する。

【0020】ブラックマトリックス用レジスト組成物を調製する際の最適配合割合は下記の通りである。

- ①分散剤は、カーボンブラックに対し、1～100重量%
- ②光重合開始剤組成物は、カーボンブラックを除くブラックマトリックス用レジスト組成物に対し、0.2～30重量%、好ましくは0.2～20重量%
- ③エチレン性化合物は、カーボンブラックを除くブラックマトリックス用レジスト組成物に対し、50～95重量%、好ましくは60～90重量%
- ④有機高分子物質は、カーボンブラックを除くブラックマトリックス用レジスト組成物に対し、10～70重量%、好ましくは20～60重量%
- ⑤カーボンブラックは、レジスト組成物中の全固形分に

対し、35～80重量%、好ましくは50～70重量%
⑥溶剤は、上記①、②、③、④、⑤の光重合性組成物全体に対し、50～95重量%、好ましくは70～90重量%

の範囲となるように調整される。

【0021】又、ここで用いるカーボンブラック以外の上記物質は、一般に同種目的に使用されている物は全て使用可能であるが、特に好ましい例として次のような物が挙げられる。

「分散剤」ウレタン系、アクリル系、ポリイミド系等の熱硬化性樹脂、アクリル系、塩化ビニル系、ポリアミド系等の熱可塑性樹脂等の高分子分散剤が好ましい。

「光重合開始剤組成物」ジシクロペンタジエニル-*Ti*-ビス-2, 3, 5, 6-テトラフルオロフェニル-1-イルやジシクロペンタジエニル-*Ti*-ビス-2, 3, 4, 5, 6-ペンタフルオロフェニル-1-イルのチタノセン化合物と波長400～500nmに吸収を有する増感色素からなる複合物が好ましい。

【0022】「エチレン性化合物」芳香族ポリグリシジルエーテル化合物と不飽和モノカルボン酸との付加反応、或いは、芳香族ポリヒドロキシ化合物とエポキシモノカルボン酸エステルとの付加反応、で得られるエチレン性不飽和二重結合を2個以上有するエチレン性化合物（以下「エチレン性化合物（A）」と称す。）が好適であるが、該エチレン性化合物（A）と共に、脂肪族ポリヒドロキシ化合物と不飽和カルボン酸との付加反応（エステル反応）で得られる、エチレン性不飽和二重結合を2個以上含有するエチレン性化合物（以下「エチレン性化合物（B）」と称す。）を併用することが好ましい。具体例としては、（A）としてビスフェノールAとエビクロルヒドリとの共縮合モノマー（B）としてジベンタエリスリトールヘキサアクリレート等が挙げられる。

【0023】「有機高分子物質」スチレン、 α -メチルスチレン、ベンジル（メタ）アクリレート、ヒドロキシフェニル（メタ）アクリル酸、メトキシフェニル（メタ）アクリル酸、ヒドロキシフェニル（メタ）アクリルアミド、ヒドロキシフェニル（メタ）アクリルスルホアミド等のフェニル基を有する共重合モノマーを10～80モル%、好ましくは20～70モル%、より好ましくは30～60モル%の割合で含有し、その他（メタ）アクリル酸を2～50重量%、好ましくは5～40重量%、より好ましくは5～30重量%の割合で含有する共重合体、或いは、全共重合モノマーに対して2～50モル%、好ましくは5～40モル%、より好ましくは10～30モル%のエポキシ（メタ）アクリレートが付加された反応物が望ましい。

【0024】「溶剤」メチルセロソルブ、エチルセロソルブ、ブチルセロソルブ、エチルセロソルブアセテート、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート（以下

「PGMEA」と略記する。)、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、シクロヘキサノン、トルエン、クロホルム、ジクロロメチン、酢酸エチル、乳酸メチル、乳酸エチル、メタノール、エタノール、プロパノール、ブタノール、テトラヒドロフラン等が挙げられる。

【0025】本発明のカーボンブラックを用いると、高遮光率でかつ表面反射率が低くまた膜厚小の絶縁性ブラックマトリックスが低コストで達成できる。絶縁性ブラックマトリックス液を構成する樹脂や溶媒に対し、カーボンブラックの分散性や分散安定性が格段に向上したためと推測される。

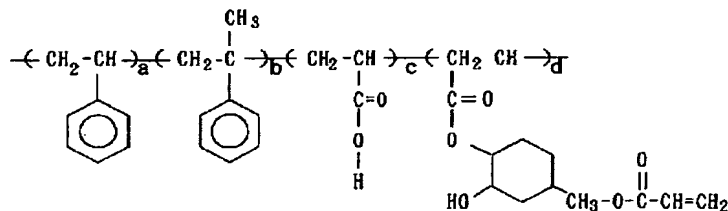
【0026】V. E. グール等(1970年発行、「導電性ポリマーの研究と応用」)によると、電気が流れる際に必要な電荷の移動は、充填剤の粒子で構成される鎖の表面及び熱輻射熱を利用した粒子内部を中心に行なわれると共に、印加電圧、温度等の条件によっては、電位障壁(ポテンシャルバリアー)を越えての電子のジャンプいわゆるトンネル効果で行なわれると考えられている。

【0027】本発明によれば好適には、表面官能基の多いカーボンブラックを用い表面を高絶縁性樹脂で被覆すること、更に樹脂で被覆されていない裸の部分に O_2 や H_2 官能基でカバーすることにより、CaやNa等のイオン性物質を封じ込める働きと共に、導体同士の接触を絶縁すること、更に、被覆膜により電子のジャンプが不可能になること等により、高絶縁性が達成されるものと推測される。また、高温下で処理しても抵抗の低下度合が少なく、絶縁性を保てるようになる理由は、酸化処理によりカーボンブラックと被覆樹脂との結合が強固になり、結果として樹脂自体の耐熱性が向上するため考えられる。

【0028】

【実施例】以下、実施例により本発明をさらに詳細に説明する。

〔実施例1〕カーボンブラックは、通常のオイルファーンズ法で製造した。但し、原料油としては、Na、Ca、S分量の少ないエチレンボトム油を用い燃焼用にはコークス炉ガスをを用いた。更に、反応停止水としては、



(a : b : c : d = 55 : 15 : 20 : 10 (モル%), Mw : 12,000)

【0033】次に、ブラックマトリックス用レジスト組成物は、1mm径のジルコニアビーズ90gを入れた140ccのマヨネーズびんに上記の分散液45gとエチ

オン交換樹脂で処理した純水を用い製造した。

【0029】このカーボンブラック500gを内径30cm、長さ60cmの円筒型キルンを最大200℃まで加熱可能な電熱式高温槽に設置し10rpmで回転させつつ(株)ワコーシステムコントロール社製の型式「OR-4Z」で発生させた1万ppmのオゾンを経5L/分の流量で流しカーボンブラックと接触反応させた。オゾンとカーボンブラックの接触部の温度は50℃とし2.3時間処理した。得られたカーボンブラックの基礎物性は、表1に示した通りである。

【0030】得られたカーボンブラック540gを純水14500gと共にホモキサーを用い6,000rpmで30分攪拌しスラリーを得た。このスラリーをスクリュウ型攪拌機付容器に移し約1,000rpmで混合しながら油化シェルエポキシ社製エポキシ樹脂「エビコート828」60gを溶解したトルエン600gを少量ずつ添加していった。約15分で、水に分散していたカーボンブラックは全量トルエン側に移行し約1mmの粒となった。

【0031】次に、60メッシュ金網で水切りを行った後、真空乾燥機に入れ70℃で10時間乾燥しトルエンと水を完全に除去した。得られたカーボンブラック中の残存トルエン量は50ppm、水は500ppmであった。また、他の基礎物性は、表1に示した。次に、このカーボンブラック500gを内径30cm、長さ60cmの円筒型キルンに入れ、18mg・オゾン/L・空気濃度のオゾンを経5L/分の流量で流し111分間処理した。同一条件で2バッチ処理し全体を均一に混合した物を評価用カーボンブラックとし、次のような方法でブラックマトリックス用レジスト組成物を作成した。1mm径のジルコニアビーズ300gを入れたサンドミルに、カーボンブラック32gと下記構造の有機高分子物質18gと、溶剤としてプロピレングリコール・モノメチルエーテルアセテート(以下PGMEAと略記する)150gを加え、2000rpmで10時間混合分散させ分散液を得た。

【0032】

【化1】

レン性化合物としてジベンタエリスリトールヘキサアクリレート(日本化薬(株)製)1.13gとビスフェノールAとエピクロヒドリンとの共縮合モノマー(昭和

高分子(株)製「SP-1509」)1.13gと更に光重合開始剤組成物としてP-ジエチルアミノ安息香酸エチル0.37gと、PGMEA39gを加え、ペイントコンディショナーで30分分散し作成した。高压水洗浄、紫外線照射及びオゾン処理を施したガラス基板(コーニング社製No.7059、厚さ1.1mm)上に得られた上記ブラックマトリックス用レジスト組成物をスピンコート法により塗布し、250℃と270℃で各々1.0時間の温度条件下で熱処理し膜厚1.0μmのレジスト層を形成した。ここで用いたカーボンブラックの物性と得られた塗膜の評価結果は、表-2に示した通りである。

【0034】表中の粉体抵抗は、下部に真鍮製電極を取り付けた内径2cmのポリ四フッ化エチレン製容器に約2gのカーボンブラックを入れ、先端に真鍮製電極の付いたポリ四フッ化エチレン製棒で蓋をした後、テンシロンを用い0.2mm/minの速度で荷重をかけていき、50kg/cm²時の抵抗を高感度テスターで測定する。この荷重下における粉体の高さと抵抗値から下式を用い粉体抵抗を算出する。

粉体抵抗(Ω・cm) = カーボンブラック粉体の断面積(cm²) × 抵抗値(Ω) / カーボンブラック粉体の高高さ(cm)

また、表面抵抗は、上記塗膜面を油化電子(株)製の高抵抗測定機「ハイレスタMCP-HT210」を用い測定した。

【0035】〔実施例2と3〕実施例1の樹脂被覆後のオゾン処理時間を実施例2は32分、また実施例3は233分とした以外実施例1と全て同じである。

〔実施例4〕実施例1で〔化1〕の構造の有機高分子物質の代わりに高分子量ポリウレタン系樹脂(平均分子量:13000)とした以外実施例1と全て同じである。

〔比較例1と2〕比較例1は、樹脂で被覆したカーボンブラックそのものである。比較例2は、このカーボンブラックを実施例1と同様条件で15分間オゾン処理を施したカーボンブラックであり、その他は実施例1と同様に評価した。

【0036】

【表1】

表 1

	オゾン処理 カーボンブラック	樹脂被覆 カーボンブラック
ヨウ素吸着量 (mg/g)	6.9	6.3
DBP吸着量 (ml/100g)	5.7	4.2
灰分(%)	0.72	0.27
揮発分(%)	3.4	6.1

【0037】

【表2】

表 2

	ヨウ素 吸着量 (mg/g)	ヨウ素 吸着量 低下率 (%)	粉体抵抗 (Ω・ cm)	塗膜の表面抵抗(Ω/□)	
				250℃× 1時間	270℃× 1時間
実施例1	51	19.0	15.3	1.0×10 ¹¹ 以上	7.0×10 ¹¹
実施例2	59	6.3	8.8	1.1×10 ¹¹	3.0×10 ⁹
実施例3	45	28.6	18.7	1.1×10 ¹¹ 以上	3.7×10 ¹¹
実施例4	51	19.0	15.3	1.0×10 ¹¹ 以上	6.0×10 ¹⁰
比較例1	63	0	7.2	1.3×10 ⁹	2.1×10 ⁹
比較例2	61	3.2	7.9	9.8×10 ⁹	8.0×10 ⁹

フロントページの続き

(72)発明者 安良田 悟
兵庫県姫路市御国野町国分寺138-1 御
国色素株式会社内

(72)発明者 毛利 泰三
兵庫県姫路市御国野町国分寺138-1 御
国色素株式会社内

BEST AVAILABLE COPY